

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 0 794 431 A2

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag:
10.09.1997 Patentblatt 1997/37

(51) Int. Cl.⁶: **G01N 33/18**, G01N 33/00,
G01N 7/18

(21) Anmeldenummer: **97103719.7**

(22) Anmeldetag: **06.03.1997**

(84) Benannte Vertragsstaaten:
AT DE FR GB IT

(30) Priorität: **08.03.1996 DE 19609071**

(71) Anmelder: **WTW Wissenschaftlich-
Technische Werkstätten GmbH
82362 Weilheim (DE)**

(72) Erfinder:
• **Rettig, Ulrich**
82407 Wielenbach (DE)
• **Fink, Willi**
72108 Rottenburg (DE)

(74) Vertreter: **Zipse + Habersack**
Kemnatenstrasse 49
80639 München (DE)

(54) **Verfahren zur Fehlervermeidung bei der Messung oder Bestimmung des Gasverbrauchs von Materie**

(57) Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Fehlervermeidung bei der Bestimmung des Gasverbrauchs einer in einem abgeschlossenen Behälter angeordneten Probe. Eine automatische Fehlervermeidung während der Adaptionsphase der Probe an das Temperaturniveau in einem Inkubator wird erzielt, indem der Behälterdruck vor dem Meßbeginn in einer Prüfphase überwacht wird, und die Meßwerte für die Messung des Gasverbrauchs von dem Referenzzeitpunkt an ausgewertet werden, an dem die zeitliche Druckänderung in dem Behälter innerhalb eines vorbestimmten Wertebereichs liegt.

EP 0 794 431 A2

Beschreibung

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Fehlervermeidung bei der Messung oder Bestimmung des Gasverbrauchs von Materie, insbesondere bei der Messung des biochemischen Sauerstoffbedarfs einer in einem abgeschlossenen Behälter angeordneten Probe.

Bislang war es bei diesen Verfahren üblich, eine zu messende Probe in einem thermostatisierten bzw. klimatisierten Raum, insbesondere Inkubator anzuordnen und den Behälter offen stehen zu lassen, bis eine Adaption, d.h. eine Anpassung der Probe an die Umgebungsverhältnisse stattgefunden hat. Dann wurde der Behälter samt Meßsystem verschlossen, und es wurde mit der Messung begonnen.

Die vorliegende Erfindung hat die Aufgabe, eine zuverlässige Fehlervermeidung bei der Messung des Gasverbrauchs von Materie, insbesondere bei der Messung des biochemischen Sauerstoffbedarfs (BSB-Messung) einer in einem abgeschlossenen Behälter angeordneten Probe unter einfacher Handhabung zu gewährleisten, insbesondere ohne daß auf den bereits im Inkubator befindlichen Behälter noch einmal zugegriffen werden muß.

Die Aufgabe wird erfindungsgemäß durch das Verfahren nach Anspruch 1 gelöst.

Erfindungsgemäß wird der Innendruck in dem Behälter von der Meßeinrichtung bereits vor dem eigentlichen Meßbeginn überwacht. In der Regel erfolgt in dieser Zeit eine Temperaturanpassung des Behälterinhalts an die Temperatur im Inkubator, d.h. die zu kalte Probe erwärmt sich auf das Temperaturniveau des Inkubators, in dem der Behälter angeordnet ist. Eine zu warme Probe kühlt sich entsprechend ab. Diese Anpassung des über der Probe befindlichen Gases ist mit einem Druckanstieg/abfall verbunden, der bei sofortigem Meßbeginn das Meßergebnis beeinflussen würde. Die Meßeinrichtung überwacht daher den Druck in dem Behälter und beginnt mit der Messung erst dann, wenn die Druckänderung aufgrund der Temperaturanpassung unbedeutend ist und daher die Meßergebnisse nicht mehr nennenswert verfälscht. Das Ende der Druckanpassung ist in der Regel dadurch erkennbar, daß die relativ hohe zeitliche Druckänderung in eine geringere zeitliche Druckänderung übergeht. Diesen Zeitpunkt kann man durch eine geeignete Wahl des vorgegebenen Wertebereichs für die zeitliche Druckänderung bestimmen und für den Start des Meßvorgangs oder für den Beginn der Auswertung der Messungen nutzen. Vorzugsweise lassen sich für unterschiedliche Proben (Füllgrade, Behältergrößen) unterschiedliche vorgegebene Wertebereiche in einem Referenzwertspeicher der Steuerung speichern, die dann eine Verwendung der Meßvorrichtung für mehrere Proben (Füllgrade, Behältergrößen) und einen probenspezifischen Start der Meßvorrichtung erlauben. Wenn daher die zeitliche Druckänderung innerhalb des vorgegebenen Wertebereichs liegt, wird die Messung gestartet. Bei einer zu kalten Probe liegt dieser Zeitpunkt dann vor, wenn kein

Druckanstieg im Behälter mehr stattfindet bzw. der Druckanstieg durch biochemische Prozesse in einen Druckabfall übergeht, d.h. am Wendepunkt des Druckverlaufes.

Der Vorteil des erfindungsgemäßen Verfahrens besteht darin, daß in der Prüfphase ein zeitlicher Referenzpunkt definiert wird, welcher das Ende der Prüfphase und den Beginn der Meßphase bzw. der auswertbaren Meßergebnisse darstellt. Dieser Referenzpunkt definiert hinreichend genau den Zeitpunkt, an dem die biologische und physikalische Anpassung des Probensystems (Probe+Behälter+Meßsystem) an die Umgebung zumindest weitgehend abgeschlossen ist. Daher kann die Probe nach dem Einfüllen in den Behälter und nach dem Verbinden mit dem Meßsystem sofort verschlossen in den Inkubator gestellt werden, ohne daß auf den Behälter nachher noch einmal zugegriffen werden muß, um diesen zu schließen. Es ist selbstverständlich ebenso möglich die Druckwerte des Probensystems im Inkubator einfach, z.B. in einem Meßwertspeicher, aufzuzeichnen und die Auswertung gemäß dem erfindungsgemäßen Verfahren erst später nach Abschluß der Messung vorzunehmen. In diesem Fall wird ebenfalls der Druckverlauf gemäß Anspruch 1 ausgewertet, wobei der bei der Auswertung bestimmte Referenzzeitpunkt nicht den Meßbeginn, sondern den Beginn der auswertbaren Meßwerte definiert.

In einer vorteilhaften Weiterbildung der Erfindung kann vorgesehen sein, daß unabhängig vom Ausgangszustand des Meßsystems, d.h. unabhängig davon, ob das Meßsystem zu warm oder zu kalt ist, vor der Prüfphase eine Adaptionphase vorgesehen wird, innerhalb der weder eine Messung noch eine Druckbewertung des Behälterdrucks stattfindet. Eine derartige Adaptionsphase erfolgt über eine Zeitspanne von 0 bis 2h und wird vorzugsweise auf einen definierten Wert, z.B. auf eine Stunde, eingestellt.

Weiterhin ist es vorteilhaft, wenn die Prüfphase auf einen maximalen Wert, z.B. 2,5 Stunden, einstellbar ist. Auf diese Weise wird die Prüfung der Druckänderung nach der Adaptionphase auf eine sinnvolle Gesamtzeit limitiert.

Vorzugsweise wird die Drucküberprüfung während der Prüfphase in Zeitintervallen von 0 bis 60 min. vorgenommen, was von Vorteil ist, wenn eine batterie- oder akkumulatorbetriebene Meßvorrichtung verwendet wird. Das Zeitintervall wird auf einen geeigneten Wert eingestellt, der sich nach der üblichen Dauer der Prüfphase richtet. Es werden Zeitintervalle zwischen 15 min. und 50 min. bevorzugt. Nach jedem Zeitintervall erfolgt ein Druckvergleich mit dem letzten gespeicherten Meßwert. Ist der aktuelle Druck(Meß)wert größer als der letzte gespeicherte Druckwert, so wird der Nullpunkt des Druckmeßsystems auf den aktuellen Druckwert gesetzt und eine neues Zeitintervall wird gestartet. Erst wenn der Druck nach Ablauf des Zeitintervalls kleiner oder gleich dem letzten gesetzten Nullpunkt ist, wird das Meßsystem für die eigentliche Messung gestartet. Als Startwert für die automatische Messung wird der

letzte Nullpunkt des Meßsystems herangezogen.

Während der jetzt laufenden Meßphase wird die Meßwertbildung in Zeitintervallen von 10 sek. bis 24 h vorgenommen. Die Zeitintervalle liegen bei einer batterie- oder akkumulatorbetriebenen Meßeinrichtung vorzugsweise zwischen 12 und 24 h.

In einer weiteren Ausführung mit externer Datenauswertung kann die Meßwertbildung vorzugsweise zwischen 5 und 60 min. erfolgen.

In einer Ausführung, in der das Meßsystem als reines Druckerfassungssystem ausgelegt ist, wird die Ermittlung des Startpunktes der Messung erst später nach Abschluß der gesamten Laufzeit der Druckwerterfassung durchgeführt. Hierbei wird das Prinzip der Startpunktermittlung analog zur oben dargestellten simultanen Startpunktermittlung bei der sofortigen Datenauswertung angewendet. Die Meßwertübertragung zwischen Meßsystem und Auswerteeinrichtung erfolgt entweder nach Abschluß der Messungen vom Speicher des Meßsystems Off-Line oder online über Leitung, Funk, IR, Ultraschall oder induktive Anbindung.

Das Verfahren zur Fehlervermeidung bei der Messung des Gasverbrauchs von Materie eignet sich für alle Formen von Messungen, bei der ein Stoff in einem abgeschlossenen Behälter eine Verringerung des Drucks bzw. Partialdrucks eines bestimmten Gases in dem Behälter bewirkt. Insbesondere eignet sich dieses Verfahren zur Messung des biochemischen Sauerstoffbedarfs. Bei Beginn der Messung wird der aktuelle Druckwert als Nullwert für die folgende Messung gesetzt. Vorangegangene biologische und physikalische Anpassungen des Probensystems bleiben somit bei der Auswertung der gemessenen Druckwerte für die BSB-Messung außer Betracht.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Fehlervermeidung bei der Messung oder Bestimmung des Gasverbrauchs einer in einem abgeschlossenen Behälter angeordneten Probe, dadurch **gekennzeichnet**, daß der Behälterdruck vor dem Erhalt auswertbarer Meßwerte in einer Prüfphase überwacht wird, und die Meßwerte für die Bestimmung des Gasverbrauchs von dem Referenzzeitpunkt an ausgewertet werden, an dem die zeitliche Druckänderung in dem Behälter innerhalb eines vorbestimmten Wertebereichs liegt.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch **gekennzeichnet**, daß die Meßergebnisse erst dann für die Bestimmung des Gasverbrauchs ausgewertet werden, wenn der Druck in dem Behälter zu fallen beginnt.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch **gekennzeichnet**, daß die Zeit für die Prüfphase auf einen maximalen

Wert begrenzt wird, wonach die Meßergebnisse unabhängig vom Druckverlauf im Behälter für die Bestimmung des Gasverbrauchs ausgewertet werden.

4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch **gekennzeichnet**, daß der maximale Wert für die Prüfphase zwischen 0 min und 2,5 h, insbesondere bei 30 min. liegt.
5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch **gekennzeichnet**, daß vor die Prüfphase eine Adaptionsphase mit einer definierten Zeitspanne gesetzt wird, in welcher noch keine Druckbewertung bzw. Druckmessung erfolgt.
6. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch **gekennzeichnet**, daß die Zeitspanne für die Adaptionsphase zwischen 30 min und 2 h, insbesondere bei 1 h liegt.
7. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch **gekennzeichnet**, daß die Druckwerte während der Meßphase in bestimmten Zeitintervallen aufgezeichnet bzw. ausgewertet werden.
8. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch **gekennzeichnet**, daß in der Prüfphase eine Druckwertnahme/Druckprüfung in Intervallen mit einer Zeitspanne zwischen 10s bis 60 min., vorzugsweise zwischen 15 und 50 min. erfolgt.
9. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch **gekennzeichnet**, daß die Druckwerte des Probensystems während der Messung in einem Inkubator lediglich aufgezeichnet werden, und daß die Bestimmung des Referenzzeitpunktes, d.h. die Bestimmung der auswertbaren Druckwerte zeitlich versetzt zur Messung erfolgt.
10. Verfahren nach Anspruch 9, dadurch **gekennzeichnet**, daß die Auswertung in einer separaten Auswerteeinrichtung außerhalb des Inkubators nach Abschluß der Messungen erfolgt.